

# SNI

Standar Nasional Indonesia

---

SNI 7850:2013

**Pupuk fosfat kalium padat**

ICS 65.080

Badan Standardisasi Nasional





© BSN 2013

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang mengumumkan dan memperbanyak sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun serta dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN  
Gd. Manggala Wanabakti  
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.  
Telp. +6221-5747043  
Fax. +6221-5747045  
Email: [dokinfo@bsn.go.id](mailto:dokinfo@bsn.go.id)  
[www.bsn.go.id](http://www.bsn.go.id)

Diterbitkan di Jakarta



## Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata .....	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi .....	1
4 Syarat mutu .....	1
5 Pengambilan contoh .....	1
6 Cara uji .....	2
7 Syarat lulus uji.....	17
8 Penandaan .....	17
9 Pengemasan.....	17
Bibliografi .....	18





## Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Pupuk fosfat kalium padat* merupakan standar baru.

Standar ini disusun berdasarkan program pemerintah dengan tujuan:

1. Melindungi produsen dan konsumen;
2. Mendukung perkembangan industri;
3. Menunjang ekspor nonmigas.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknis 71-01, Teknologi Kimia dan telah dibahas dalam rapat teknis dan rapat konsensus lingkup panitia teknis di Bogor pada tanggal 24 September 2012. Hadir dalam rapat tersebut wakil dari pemerintah, produsen, konsumen, tenaga ahli dan institusi terkait lainnya. SNI ini juga telah melalui konsensus nasional yaitu pemungutan suara pada tanggal 27 Maret 2013 sampai dengan 27 Mei 2013, perpanjangan sampai 27 Juni 2013 dan disetujui menjadi Rancangan Akhir SNI (RASNI) untuk ditetapkan menjadi SNI.





## Pupuk fosfat kalium padat

### 1 Ruang lingkup

Standar ini menetapkan syarat mutu dan cara uji pupuk anorganik majemuk fosfat kalium padat.

### 2 Acuan normatif

SNI 0428, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

### 3 Istilah dan definisi

#### 3.1

#### pupuk fosfat kalium padat

pupuk anorganik majemuk buatan berbentuk padat yang mengandung unsur hara utama fosfor dan kalium

### 4 Syarat mutu

Syarat mutu pupuk fosfat kalium padat sesuai dengan Tabel 1.

**Tabel 1 - Syarat mutu**

No.	Parameter uji	Satuan	Persyaratan
1.	Fosfor total sebagai $P_2O_5^*$ (b/b)	%	Min.6
2.	Kalium sebagai $K_2O^*$ (b/b)	%	Min.6
3.	Jumlah kadar $P_2O_5$ dan $K_2O$ (b/b)	%	Min. 20
4.	Kadar air (b/b)	%	Maks.3
5.	Cemaran logam berat:		
	- Merkuri (Hg)	mg/kg	Maks. 10
	- Kadmium (Cd)	mg/kg	Maks. 100
	- Timbal (Pb)	mg/kg	Maks. 500
6.	Arsen (As)	mg/kg	Maks. 100
<b>Keterangan:</b> *uji 1 dan 2 adbk (atas dasar berat kering). <b>CATATAN</b> Toleransi hasil uji laboratorium masing-masing unsur hara $P_2O_5$ dan $K_2O$ maksimal 8 % di bawah formula.			

### 5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 0428.



## 6 Cara uji

### 6.1 Penyiapan contoh uji

Siapkan contoh uji sebanyak  $\geq 225$  g. Haluskan contoh uji sampai semua contoh sebanyak  $\geq 225$  g lolos ayakan US Mesh No. 20 (untuk pupuk campuran atau bahan pupuk yang mudah menyerap air/lembab) dan lolos ayakan US Mesh No. 40 (untuk pupuk campuran atau bahan pupuk yang tidak mudah menyerap air/mudah diayak/kering).

Haluskan contoh secepat mungkin untuk menghindari perubahan berat disebabkan oleh pengaruh kelembaban. Aduk rata contoh halus dan simpan dalam botol yang tertutup rapat.

### 6.2 Kadar unsur hara fosfat sebagai $P_2O_5$

#### 6.2.1 Prinsip

Kadar  $P_2O_5$  ditentukan secara spektrofotometri. Ortofosfat yang terlarut direaksikan dengan ammonium molibdovanadat membentuk senyawa kompleks molibdovanadat asam fosfat berwarna kuning. Intensitas yang terbentuk diukur dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 400 nm.

#### 6.2.2 Bahan

- Asam nitrat ( $HNO_3$ ) pa;
- Asam perklorat ( $HClO_4$ ) pa (70 – 72) %;
- Larutan molibdovanadat;

Larutkan 40 g amonium molibdate tetrahidrat  $(NH_4)_6 Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$  dalam 400 mL air suling panas ( $\pm 65^\circ C$ ), lalu dinginkan. Larutkan 2 g amonium metavanadat ( $NH_4VO_3$ ) dalam 250 mL air suling panas ( $\pm 65^\circ C$ ), lalu dinginkan, tambahkan dengan 450 mL  $HClO_4$  70 %. Tambahkan larutan amonium molibdate sedikit demi sedikit ke dalam larutan amonium metavanadat sambil diaduk dan encerkan hingga volume 2 Liter lalu homogenkan.

- Larutan standar fosfat ( $P_2O_5$ (0,4 - 1,0) mg/mL)

Keringkan kalium dihidrogen fosfat  $KH_2PO_4$  murni (52,15 %  $P_2O_5$ ) selama 2 jam pada oven  $105^\circ C$ . Siapkan larutan yang mengandung (0,4 - 1,0) mg  $P_2O_5$ /mL dengan interval 0,1 mg dengan cara menimbang 0,076 7 g; 0,095 9 g; 0,115 1 g; 0,134 2 g; 0,153 4 g; 0,172 6 g dan 0,191 8 g  $KH_2PO_4$  dan encerkan masing – masing hingga volume 100 mL dengan air suling. Larutan dapat diawetkan dengan penambahan (2 – 3) mL  $HNO_3$  untuk tiap 1 liter larutan. Siapkan larutan baru yang mengandung 0,4 mg  $P_2O_5$ /mL dan 0,7 mg  $P_2O_5$ /mL setiap minggu.

#### 6.2.3 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian 0,000 1 g;
- Pengereng listrik;
- Labu ukur 100 mL, 500 mL & 2 000 mL;
- Pipet volumetrik 5 mL, 10 mL, 15 mL dan 50 mL,;
- Pipet skala 5 mL, 10 mL dan 20 mL;
- Spektrofotometer UV/Vis;
- Pemanas listrik;



- Gelas piala 100 mL, 250 mL, 500 mL dan 1 000 mL;
- Corong Ø 7 cm;
- Erlenmeyer 250 mL, 500 mL;
- Kertas saring Whatman 40 (atau yang setara).

## 6.2.4 Cara kerja

### 6.2.4.1 Persiapan larutan contoh

- Timbang teliti 1 g contoh halus dari penyiapan contoh uji 6.1;
- Masukkan ke dalam gelas piala 250 mL, tambahkan dengan (20 - 30) mL HNO<sub>3</sub> p.a;
- Didihkan perlahan - lahan selama (30 – 45) menit untuk mengoksidasi bahan yang mudah teroksidasi;
- Dinginkan, tambahkan (10 - 20) mL HClO<sub>4</sub>(70 – 72) %;
- Didihkan perlahan – lahan sampai larutan tidak berwarna dan timbul asap putih pada gelas piala, dinginkan;
- Tambahkan 50 mL air suling dan didihkan beberapa menit, dinginkan;
- Pindahkan seluruhnya ke dalam labu ukur 500 mL, Tepatkan dengan air suling hingga tanda tera, kocok sampai homogen;
- Saring melalui kertas saring ke dalam erlenmeyer yang kering.

### 6.2.4.2 Penetapan

- Pipet 5 mL larutan contoh dan masing – masing larutan standar fosfat P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (0,4 - 1,0 mg/mL) masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
- Tambahkan 45 mL air suling, diamkan selama 5 menit;
- Tambahkan 20 mL pereaksi amonium molibdovanadat, kemudian tepatkan dengan air suling hingga tanda tera dan kocok;
- Biarkan pengembangan warna selama 10 menit;
- Lakukan pengerjaan larutan blangko;
- Optimasi spektrofotometer pada panjang gelombang 400 nm;
- Baca absorbansi larutan contoh dan standar pada spektrofotometer;
- Buat kurva standar;
- Hitung kadar P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dalam contoh.

## 6.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar fosfor sebagai P}_2\text{O}_5, \text{ adbk \%} = \left( \frac{C_m \times P}{W} \right) \times \left( \frac{100}{100 - KA} \right)$$

#### Keterangan:

C<sub>m</sub> adalah mg P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> dari pembacaan kurva standar.

P adalah faktor pengenceran.

W adalah berat contoh, mg.

KA adalah kadar air, %.



### 6.3 Kadar unsur hara kalium sebagai $K_2O$

#### 6.3.1 Metode titrimetri

##### 6.3.1.1 Prinsip

Kalium bereaksi dengan sodium tetrafenilborat (STPB) dengan rumus kimia  $NaB(C_6H_5)_4$  dalam suasana basa lemah, membentuk endapan kalium tetrafenilborat ( $KB(C_6H_5)_4$ ), kelebihan sodium tetrafenilborat dititrasi dengan benzalkonium klorida (BAC).

##### 6.3.1.2 Bahan

- Larutan ammonium oxalate  $(NH_4)_2C_2O_4$  4 %;
- Larutan formaldehida (HCOH) 37 %;
- Larutan natrium hidroksida 20 % : Larutkan 20 g NaOH dalam 100 mL air suling;
- Indikator fenolftalein (PP) 0,1 %;
- Larutan STPB 1,2 % : larutkan 12 g  $NaB(C_6H_5)_4$  dalam 800 mL air suling, tambahkan (20 - 25) g aluminium hidroksida  $Al(OH)_3$ , aduk 5 menit dan saring dengan kertas saring, masukkan dalam labu ukur 1 liter, filtrat tambahkan 2 mL NaOH 20 %, tepatkan hingga 1 liter dengan air suling. Aduk, biarkan dua hari, kerjakan standardisasi;
- Larutan BAC 0,625 %;  
Larutkan 38 mL BAC dalam air suling menjadi 1 Liter, aduk dan kerjakan standardisasi;
- Indikator *titan yellow* 0,04 %;  
Larutkan 0,04 mg *titan yellow* dalam 100 mL air suling.

##### 6.3.1.3 Peralatan

- Neraca analitik dengan ketelitian 0,000 1 g;
- Labu ukur 100 mL, 250 mL & 1 000 mL;
- Pipet volumetrik 5 mL, 10 mL, 15 mL, 20 mL, 25 mL dan 50 mL;
- Pipet skala 5 mL, 10 mL, 25 mL;
- Gelas piala 250 mL, 1 000 mL;
- Corong Ø 7 cm;
- Pemanas listrik;
- Buret semimikro 10 mL;
- Erlenmeyer 125 mL;
- Kertas saring Whatman 42 (atau yang setara).

##### 6.3.1.4 Pembuatan dan penetapan larutan standar

###### a. Benzalkonium klorida (BAC) 0,625 %

Dalam erlenmeyer 125 mL terdapat 1 mL larutan STPB, tambahkan (20 - 25) mL air suling, 1 mL NaOH 20 %, 2,5 mL HCOH, 1,5 mL larutan  $(NH_4)_2C_2O_4$  4 % dan (6 - 8) tetes indikator *titan yellow* 0,04 %. Titrasi dengan larutan BAC sampai titik akhir berwarna merah muda (*pink*), gunakan buret semimikro 10 mL.  
(2 mL Larutan BAC  $\infty$  1 mL larutan STPB)



## b. Larutan sodium tetrafenilborat (STPB)

Larutkan 2,5 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  dengan air suling dalam labu ukur 250 mL, tambahkan 50 mL larutan  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  4 %, tepatkan sampai tanda tera dan homogenkan.

Ambil 15 mL larutan tersebut masukkan dalam 100 mL labu ukur, tambahkan 2 mL NaOH 20 %, 5 mL HCOH dan 43 mL larutan STPB, tepatkan dengan air suling, homogenkan dan biarkan (5 -10) menit lalu saring.

Ambil 50 mL filtrat masukkan dalam erlenmeyer 125 mL, tambahkan (6 - 8) tetes indikator *titan yellow* dan titrasi kelebihan larutan dengan larutan BAC sampai warna merah muda (*pink*).

Faktor dihitung dengan rumus di bawah ini:

$$\% \text{K}_2\text{O/mL larutan STPB, ( F )} = \frac{34,61}{(43 \text{ mL} - \text{mL BAC})}$$

**Keterangan:**

$$34,61 \quad \text{adalah} \quad \frac{\text{BM K}_2\text{O}}{2 \times \text{BM KH}_2\text{PO}_4}$$

## 6.3.1.5 Cara kerja

- Timbang teliti 2,5 g contoh halus dari penyiapan contoh uji 6.1 dalam 250 mL gelas piala;
- Tambahkan 50 mL larutan  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$  4 %, 125 mL air suling, didihkan selama 30 menit, dan dinginkan
- Pindahkan ke dalam labu ukur 250 mL, tepatkan sampai tanda tera dengan air suling;
- Saring atau diamkan hingga jernih;
- Ambil 15 mL larutan tersebut, masukkan dalam labu ukur 100 mL;
- Tambahkan 2 mL NaOH 20 %, 5 mL HCOH;
- Tambahkan 1 mL larutan standar STPB untuk tiap 1 %  $\text{K}_2\text{O}$ , tambahkan 8 mL larutan standar STPB berlebih untuk mempercepat pemisahan;
- Tepatkan sampai tanda tera dengan air suling, aduk dan biarkan (5 - 10) menit, saring dengan kertas saring;
- Ambil 50 mL filtrat masukkan ke dalam erlenmeyer 125 mL, tambahkan (6 - 8) tetes indikator *titan yellow* dan titrasi dengan larutan standar BAC sampai warna merah muda (*pink*).

## 6.3.1.6 Perhitungan

Kadar kalium sebagai  $\text{K}_2\text{O}$  , adbk %

$$= F \times (\text{mL Penambahan STPB} - \text{mL BAC}) \times \left( \frac{100}{100 - \text{KA}} \right)$$

**Keterangan:**

KA adalah kadar air, %

F adalah %  $\text{K}_2\text{O/mL}$  larutan standar STPB



### 6.3.2 Metode *flame photometric* atau spektrofotometri serapan atom

#### 6.3.2.1 Prinsip

Penetapan kalium terlarut secara *flame photometric* atau spektrofotometri serapan atom.

#### 6.3.2.2 Bahan

- Asam perklorat,  $\text{HClO}_4$  pa;
- Asam nitrat,  $\text{HNO}_3$  pa;
- Larutan standar kalium 1 mg K/mL:  
Larutkan 3,488 6 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  atau 1,907 0 g KCl atau 2,228 0 g  $\text{K}_2\text{SO}_4$  (yang sebelumnya dipanaskan pada suhu 105 °C) dengan air suling dan encerkan hingga 1 Liter, buat deret standar sesuai kebutuhan dari larutan standar kalium 1 mg K/mL;
- Larutan supresor kalium:  
Larutkan 25,34 g cesium klorida ( $\text{CsCl}$ ) atau 29,33 g cesium nitrat ( $\text{CsNO}_3$ ) dengan air suling dan encerkan hingga 1 liter;
- Air suling.

#### 6.3.2.3 Peralatan

- Spektrofotometer Serapan Atom (SSA);
- *Flame photometer*;
- *Hollow cathode lamp* (lampu katoda cekung) kalium;
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,000 1 g;
- Pemanas listrik;
- Gelas piala 100 mL, 300 mL;
- Labu ukur 100 mL, 250 mL, 500 mL dan 1 000 mL;
- Pipet volumetrik 1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL, 5 mL, 6 mL, 8 mL dan 10 mL;
- Corong Ø 7 cm;
- Pipet skala 5 mL, 10 mL;
- Kertas saring Whatman 40 (atau yang setara).

#### 6.3.2.4 Cara kerja

- Timbang teliti sekitar 1 g contoh halus dari penyiapan contoh uji 6.1 dan masukkan dalam gelas piala 100 mL;
- Tambahkan 10 mL  $\text{HClO}_4$  p.a dan 6 mL  $\text{HNO}_3$  p.a., panaskan hingga timbul asap putih selama 5 menit;
- Dinginkan, masukkan ke dalam labu ukur 500 mL, tambahkan air suling hingga tanda tera, kocok sampai homogen;
- Saring dengan kertas saring ke dalam erlenmeyer yang kering;
- Pipet larutan contoh sesuai kebutuhan dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;



- Tambahkan 5 mL larutan supressor dan encerkan dengan air suling sampai tanda garis dan kocok;
- Lakukan pengerjaan larutan blanko;
- Ukur konsentrasi kalium dengan spektrofotometer serapan atom (SSA) atau dengan *Flame photometer*;
- Hitung kadar K<sub>2</sub>O dalam contoh.

#### 6.3.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar kalium sebagai K}_2\text{O, adbk \%} = \left( \frac{C \times P \times 1,2046 \times 100}{W} \right) \times \left( \frac{100}{100 - KA} \right)$$

**Keterangan:**

C	adalah mg. K dari pembacaan kurva standar
P	adalah faktor pengenceran
1,2046	adalah faktor konversi K <sub>2</sub> O terhadap K (BMK <sub>K<sub>2</sub>O</sub> / 2x BMK)
W	adalah berat contoh, mg
KA	adalah kadar air, %

### 6.4 Kadar air

#### 6.4.1 Prinsip

Contoh dipanaskan didalam oven pada suhu (130 ± 1) °C, selama 5 jam atau sampai bobot tetap, kehilangan berat selama pemanasan dihitung sebagai kadar air.

#### 6.4.2 Peralatan

- Oven;
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,000 1 g;
- Desikator;
- Botol timbang;
- Tang penjepit.

##### 6.4.2.1 Cara kerja

- Timbang teliti 2 g contoh halus dari penyiapan contoh uji 6.1 (W<sub>0</sub>) ke dalam botol timbang yang sudah diketahui beratnya (W<sub>1</sub>);
- Masukkan dalam oven pada suhu (130 ± 1) °C, selama 5 jam atau bobot tetap;
- Dinginkan dalam desikator selama 30 menit, timbang pada neraca analitik (W<sub>2</sub>).

##### 6.4.2.2 Perhitungan :

$$\text{Kadar H}_2\text{O \%} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100\%$$

**Keterangan:**

W <sub>0</sub>	adalah berat berat botol kosong, g
W <sub>1</sub>	adalah berat berat botol kosong dan contoh, g
W <sub>2</sub>	adalah berat berat botol dan contoh setelah pemanasan, g



## 6.5 Cemaran logam berat

### 6.5.1 Kadar merkuri (Hg)

#### 6.5.1.1 Prinsip

Merkuri dioksidasi menjadi ion merkuri, kemudian direduksi menjadi logam merkuri, dilanjutkan dengan analisa serapan atom uap dingin pada panjang gelombang 253,7 nm

#### 6.5.1.2 Bahan

- Larutan standar Hg 1 000 mg/kg & 1 000 µg/kg;
- Air suling bebas Hg;
- Asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat;
- Asam sulfat (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) pekat;
- Larutan kalium permanganat (KMnO<sub>4</sub>) 0,5 %;
- Larutan natrium klorida hidroksilamin sulfat : larutkan 120 g natrium klorida (NaCl) dan 120 g hidroksilamin sulfat (NH<sub>3</sub>OH)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dalam 1 Liter air suling.

#### 6.5.1.3 Peralatan

- SSA yang dilengkapi peralatan VGA (*Vapor Generation Accessory*) atau *Mercury vapour unit*;
- Lampu katoda cekung untuk Hg;
- Peralatan untuk refluks;
- Pemanas listrik;
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,000 1 g;
- Pipet volumetrik 0,5 mL, 1 mL, 2 mL, 2,5 mL, 5 mL, dan 10 mL;
- Labu ukur 50 mL, 100 mL, 1 000 mL.

#### 6.5.1.4 Cara kerja

##### 6.5.1.4.1 Penyiapan contoh

- Timbang teliti sebanyak (5 - 10) g contoh halus dari penyiapan contoh uji 6.1 ke dalam labu destruksi tertutup asah yang dapat dihubungkan dengan pendingin refluks, bila perlu basahi contoh dengan ± 5 mL air suling dan tambahkan beberapa batu didih;
- Tambah (10 - 20) mL HNO<sub>3</sub> (asam nitrat) pekat dan 10 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (asam sulfat) pekat;
- Hubungkan dengan pendingin tegak, direkomendasikan untuk mendinginkan selama satu malam;
- Panaskan kurang lebih satu jam;
- Hentikan pemanasan ketika muncul asap putih, dinginkan, tambahkan 2 mL larutan KMnO<sub>4</sub> (dalam hal pupuk mengandung zat organik, tambahkan 1 g KMnO<sub>4</sub>) hingga warna stabil minimal 10 menit;
- Dinginkan, pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil membilas refluks;
- Tambah tetes demi tetes larutan hidroksilamin hidroklorida hingga warna KMnO<sub>4</sub> tidak muncul lagi (tepat hilang)



- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling bebas merkuri;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau *Mercury vapour unit*.

#### 6.5.1.4.2 Pembuatan larutan standar

A. Larutan standar baku Hg 1 000 µg/kg.

- Pipet 1 mL larutan induk Hg 1 000 mg/kg ke dalam labu ukur 1 000 mL.
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO<sub>3</sub> 1 N).

B. Larutan standar kerja Hg 0,0 µg/kg; 20 µg/kg, 40 µg/kg, 60 µg/kg, 80 µg/kg, 100 µg/kg.

- Pipet sesuai kebutuhan larutan induk Hg 1 000 µg/kg ke dalam labu ukur 100 mL
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO<sub>3</sub> 1 N).

#### 6.5.1.4.3 Pengukuran

- Siapkan peralatan SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau *Mercury vapour unit* dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaan peralatan;
- Posisikan peralatan pada absorban 0 (nol) dengan larutan blangko, ukur absorban larutan standar dan sampel;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian);
- Koefisien regresi dari kurva standar (minimal  $r = 0,997\ 5$ )
- Hitung kadar Hg dalam contoh.

#### 6.5.1.5 Pengendalian mutu hasil uji

- Lakukan pengujian minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % simpangan baku relatif/*Relative Standard Deviation* (RSD);
- Lakukan pemantauan unjuk kerja SSA dengan frekuensi tertentu;
- Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang *recovery* adalah (85 - 115) %.

#### 6.5.1.6 Perhitungan

$$\text{Kadar Hg, mg/kg} = \left( \frac{C_v \times P \times V}{W} \right)$$

##### Keterangan:

- $C_v$  adalah konsentrasi (µg/mL) Hg hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar.
- $P$  adalah faktor pengenceran.
- $W$  adalah bobot contoh, g
- $V$  adalah volume akhir labu, mL



## 6.5.2 Kadar kadmium (Cd)

### 6.5.2.1 Prinsip

Analisis kadmium dengan SSA berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 228,8 nm.

### 6.5.2.2 Bahan

- Larutan standar induk Cd 1 000 mg/kg;
- Air suling bebas Cd;
- Asam nitrat (  $\text{HNO}_3$  ) pekat, sp.gr 1,38
- Asam klorida (HCl) pekat, sp.gr 1,18;
- Asam perklorat (  $\text{HClO}_4$  ) pekat, sp.gr 1,55.

### 6.5.2.3 Peralatan

- SSA;
- Lampu katoda cekung untuk Cd;
- Labu ukur 100 mL, 500 mL, 1 000 mL;
- Pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL dan 25,0 mL;
- Kaca arloji sesuai dengan ukuran volume gelas piala yang digunakan;
- Gelas piala 125 mL;
- Pemanas listrik;
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,000 1 g.

### 6.5.2.4 Cara kerja

#### 6.5.2.4.1 Penyiapan contoh

##### A. Pupuk anorganik yang mengandung *rock phosphate*

- Timbang contoh (2 - 5) g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam gelas piala 125 mL;
- Tambah 30 mL asam klorida (HCl) pekat dan 10 mL asam nitrat (  $\text{HNO}_3$  ) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit; Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan;
- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua;
- Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL sambil dibilas dengan air suling;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

##### B. Contoh yang mengandung silika tinggi

- Timbang (2 - 5 ) g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam gelas piala 125 mL;



- Basahi contoh dengan sedikit penambahan air suling;
- Tambahkan 5 mL asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat dan 10 mL asam perklorat ( $\text{HClO}_4$ ) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit. sambil sewaktu waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut. Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan;
- Tambahkan lebih kurang 25 mL  $\text{HCl}$  (1 + 5), panaskan hingga larut semua;
- Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL sambil dibilas dengan air suling;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

#### C. Pupuk yang mengandung *rock phosphate*

- Timbang (2 – 5 ) g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam gelas piala 125 mL;
- Tambah 15 mL asam klorida ( $\text{HCl}$ ) pekat dan 5 mL asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan secara perlahan di atas pemanas listrik, bila timbul busa maka hentikan pemanasan dan biarkan dingin kemudian tambahkan 15 mL asam klorida ( $\text{HCl}$ ) pekat dan 5 mL asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) pekat sambil membilas bagian dinding gelas piala;
- Panaskan kembali hingga larut sempurna sambil sewaktu waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut;
- Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan;
- Bila tidak timbul busa, langsung tambahkan lebih kurang 25 mL  $\text{HCl}$  (1 + 5);
- Panaskan hingga larut semua, pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL sambil dibilas dengan air suling;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

#### 6.5.2.4.2 Pembuatan larutan standar

##### A. Larutan standar baku Cd 100 mg/kg

- Pipet 10 mL larutan induk kadmium 1 000 mg/kg ke dalam labu ukur 100 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$ , 1N).

##### B. Larutan standar baku Cd 10 mg/kg

- Pipet 10 mL larutan induk kadmium 100 mg/kg ke dalam labu ukur 100 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$ , 1N).

##### C. Larutan standar kerja Cd 0,0 mg/kg; 0,4 mg/kg; 0,8 mg/kg; 1,2 mg/kg; 1,6 mg/kg dan 2,0 mg/kg.

- Pipet (atau menggunakan buret mikro 5 mL) sesuai kebutuhan pembuatan larutan standar kerja di atas dari larutan 10 mg/kg ke dalam labu ukur 100 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1 N).



**6.5.2.4.3 Pengukuran**

- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya;
- Posisikan peralatan pada angka nol dengan larutan blangko, ukur absorban larutan standar dan contoh uji;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian);
- Koefisien regresi dari kurva standar (minimal  $r = 0,9975$ );
- Hitung kadar Cd dalam contoh.

**6.5.2.4.4 Pengendalian mutu hasil uji**

- Lakukan pengujian minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % simpangan baku relatif/*Relative Standard Deviation*(RSD);
- Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu;
- Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang *recovery* adalah (85 – 115) %.

**6.5.2.4.5 Perhitungan**

$$\text{Kadar Cd, mg/kg} = \left( \frac{C_v \times P \times V}{W} \right)$$

**Keterangan:**

- $C_v$  adalah konsentrasi (mg/L) Cd hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar.
- $P$  adalah faktor pengenceran.
- $W$  adalah bobot contoh, g.
- $V$  adalah volume akhir labu, mL

**6.5.3 Kadar timbal (Pb)****6.5.3.1 Prinsip**

Analisis timbal dengan SSA berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 283,3 nm.

**6.5.3.2 Bahan**

- Larutan standar induk Pb 1 000 mg/kg;
- Air suling bebas Pb;
- Asam klorida (HCl) pekat, sp.gr 1,18;
- Asam nitrat  $\text{HNO}_3$  pekat, sp. gr 1,38;
- Asam perklorat ( $\text{HClO}_4$ ) pekat, sp.gr 1,55.

**6.5.3.3 Peralatan**

- SSA;
- Lampu katoda cekung untuk Pb;



- Labu ukur 100 mL, 500 mL, 1 000 mL;
- Pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL dan 25,0 mL;
- Kaca arloji sesuai dengan ukuran gelas piala 125 mL yang digunakan;
- Gelas piala 125 mL;
- Pemanas listrik;
- Neraca analitik analitik dengan ketelitian 0,000 1 g.

#### 6.5.3.4 Cara kerja

##### 6.5.3.4.1 Penyiapan contoh

###### A. Pupuk anorganik yang mengandung *rock phosphate*

- Timbang contoh (1 - 5) g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam gelas piala 125 mL;
- Tambah lebih kurang 30 mL asam klorida (HCl) pekat dan 10 mL asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai;
- Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit di atas pemanas;
- Buka kaca arloji penutup, evaporasi larutan hingga kering di atas pemanas *water bath*;
- Tambah sejumlah kecil asam klorida (HCl), ulangi evaporasi hingga kering dan biarkan dingin;
- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5); panaskan hingga larut semua dan dinginkan; pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan air suling;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling dan bila perlu disaring;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

###### B. Pupuk yang mengandung zat organik

- Timbang (2 - 5) g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam gelas piala 125 mL;
- Tambah 30 mL asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) pekat;
- Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan secara perlahan di atas pemanas listrik. Bila muncul busa hentikan pemanasan biarkan dingin semalam kemudian tambahkan (30 – 50) mL campuran HClO<sub>4</sub> - HNO<sub>3</sub>;
- Panaskan kembali tanpa kaca arloji penutup, hingga uap asam terevaporasi. Bila sudah muncul uap putih, tutup kembali dengan kaca arloji dan panaskan minimal 10 menit hingga larut sempurna sambil sewaktu-waktu digoyang untuk melarutkan zat yang tidak larut;
- Bila destruksi zat organik masih belum sempurna tambahkan sedikit lagi HNO<sub>3</sub> dan panaskan kembali hingga larut sempurna;
- Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan;
- Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua
- Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil dibilas dengan air suling;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling dan bila perlu disaring;



- Larutan siap diukur dengan alat SSA.

#### 6.5.3.4.2 Pembuatan larutan standar

##### A. Larutan standar baku Pb 100 mg/kg

- Pipet 10 mL larutan induk timbal 1 000 mg/kg ke dalam labu 100 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N).

##### B. Larutan standar baku Pb 10 mg/kg

- Pipet 10 mL larutan induk timbal 100 mg/kg ke dalam labu 100 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N).

##### C. Larutan Standar kerja Pb 0,0 mg/kg; 0,4 mg/kg; 0,8 mg/kg; 1,2 mg/kg; 1,6 mg/kg; 2,0 mg/kg

- Pipet sesuai kebutuhan pembuatan larutan standar kerja di atas dari larutan 10 mg/kg ke dalam labu ukur 50 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer ( $\text{HNO}_3$  1N).

#### 6.5.3.4.3 Pengukuran

- Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya;
- Posisikan peralatan pada angka nol dengan larutan blangko, ukur absorban larutan standar dan sampel;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian);
- Koefisien regresi dari kurva standar (minimal  $r = 0,997\ 5$ )
- Hitung kadar Pb dalam contoh.

#### 6.5.3.4.4 Pengendalian mutu hasil uji

- Lakukan pengujian minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % simpangan baku relatif/*Relative Standard Deviation*(RSD);
- Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu;
- Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang *recovery* (85 – 115) %.

#### 6.5.3.4.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Pb, mg/kg} = \left( \frac{C_v \times P \times V}{W} \right)$$

##### Keterangan:

- $C_v$  adalah konsentrasi (mg/L) Pb hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar.
- $P$  adalah faktor pengenceran.
- $W$  adalah bobot contoh, g.
- $V$  adalah volume akhir labu, mL



## 6.6 Arsen (As)

### 6.6.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan asam arsen. Larutan  $\text{As}^{5+}$  direduksi dengan kalium iodida (KI) menjadi  $\text{As}^{3+}$  dan direaksikan dengan sodium borohidrat ( $\text{NaBH}_4$ ) atau  $\text{SnCl}_2$  sehingga terbentuk  $\text{AsH}_3$  yang kemudian dibaca dengan serapan atom uap panas pada panjang gelombang 193,7 nm.

### 6.6.2 Bahan

- Pelarut reduktor;
- 0,6 % sodium borohidrat ( $\text{NaBH}_4$ ) dalam 0,5 % NaOH: larutkan 3 g  $\text{NaBH}_4$  dan 2,5 g NaOH dalam 500 mL air suling, atau
- Stano klorida ( $\text{SnCl}_2$ ) 10 % : timbang 50 g  $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ke dalam piala gelas 200 mL tambah 100 mL HCl 37 %, setelah larut pindahkan ke dalam labu ukur 500 mL, lalu ditambahkan dengan air suling sampai volume 500 mL;
- Larutan HCl 8 M;
- Kalium Iodida 20% : timbang 20 g KI ke dalam labu ukur 100 mL, dan tambahkan dengan air suling (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan);
- Asam klorida (HCl) pekat;
- Asam sulfat ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) pekat;
- Asam perklorat ( $\text{HClO}_4$ ) pekat.

### 6.6.3 Peralatan

- SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau Arsen vapour unit;
- Lampu katoda cekung untuk As;
- Pipet volumetrik: 0,5 mL, 1 mL, 2 mL, 2,5 mL, 5 mL, dan 10 mL;
- Labu ukur 50 mL, 100 mL, 1 000 mL;
- Neraca analitik dengan ketelitian 0,000 1 g;
- Gelas piala 125 mL;
- Pemanas listrik;
- Pipet skala 5 mL, 10 mL, 20 mL.

### 6.6.4 Cara kerja

#### 6.6.4.1 Penyiapan contoh

- Timbang contoh (1 - 5) g contoh halus (dari penyiapan contoh uji 6.1) ke dalam gelas piala 125 mL (direkomendasikan porselin);
- Basahi dengan sedikit  $\text{H}_2\text{O}$ ;
- Tambah 2 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , lebih kurang 5 mL (asam nitrat)  $\text{HNO}_3$  dan 20 mL (asam perklorat)  $\text{HClO}_4$ ;
- Panaskan sampai timbul uap putih  $\text{HClO}_4$  hingga hampir kering (hati – hati);



- Biarkan dingin, tambah air suling hingga larut, tambah 0,4 mL larutan KI 20 %;
- Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL sambil bilas;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan air suling;
- Larutan siap diukur dengan alat SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau Arsen *vapour* unit.

#### **6.6.4.2 Pembuatan larutan standar**

##### **A. Larutan standar baku As 1 000 µg/kg**

- Pipet 1 mL larutan induk arsen 1 000 mg/kg ke dalam labu 1 000 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO<sub>3</sub> 1N).

##### **B. Larutan standar kerja As 0,0 µg/kg; 20 µg/kg; 40 µg/kg; 60 µg/kg; 80 µg/kg; 100 µg/kg**

- Pipet sesuai kebutuhan larutan induk arsen 1 000 µg/kg ke dalam labu 100 mL;
- Tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO<sub>3</sub> 1N).

#### **6.6.4.3 Pengukuran**

- Siapkan peralatan SSA yang dilengkapi peralatan VGA atau Arsen *vapour* unit dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaan peralatan;
- Posisikan peralatan pada angka nol dengan larutan blangko, ukur absorban larutan standar dan contoh uji;
- Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian);
- Koefisien regresi dari kurva standar (minimal  $r = 0,997\ 5$ )
- Hitung kadar As dalam contoh.

#### **6.6.4.4 Pengendalian mutu hasil uji**

- Lakukan pengujian minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % simpangan baku relatif/*Relative Standard Deviation*(RSD);
- Lakukan pemantauan untuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu;  
Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang *recovery* (85 – 115) %;

#### **6.6.4.5 Perhitungan**

$$\text{Kadar As, mg/kg} = \left( \frac{C_v \times P \times V}{W} \right)$$

##### **Keterangan:**

- $C_v$  adalah konsentrasi (µg/mL) As hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar
- P adalah faktor pengenceran.
- W adalah bobot contoh, g.
- V adalah volume akhir labu, mL



## 7 Syarat lulus uji

Pupuk fosfat kalium padat dinyatakan lulus uji apabila memenuhi syarat mutu pada pasal 4.

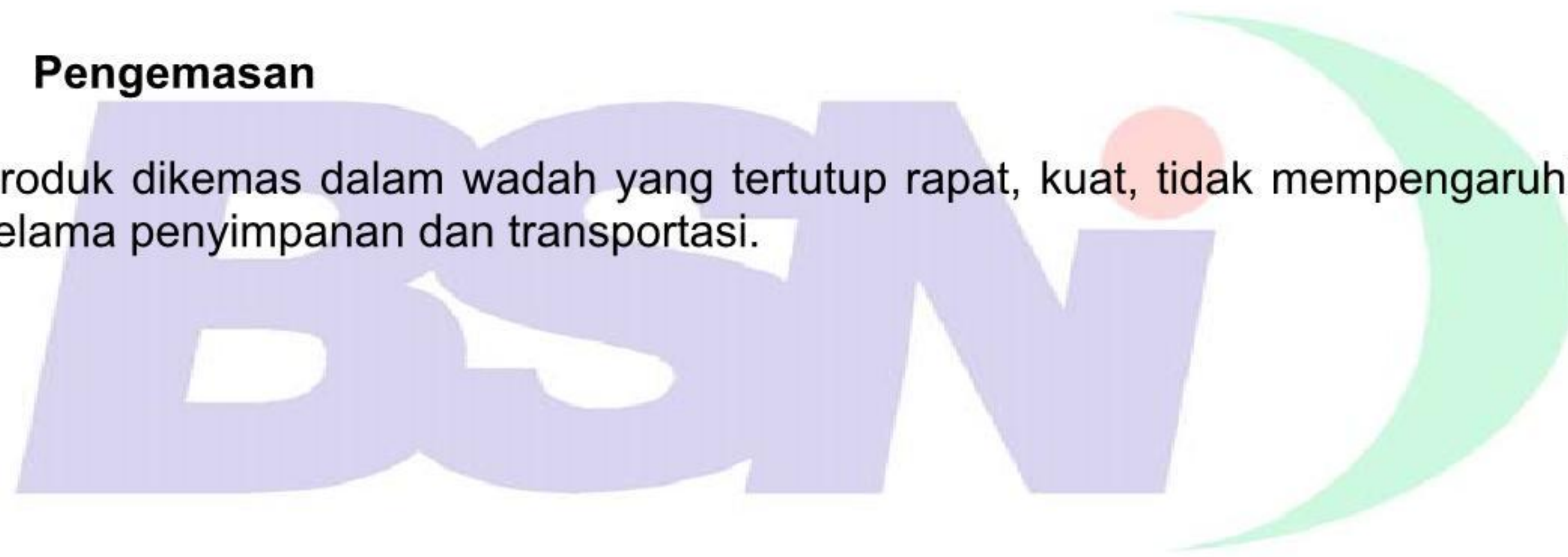
## 8 Penandaan

Pada setiap kemasan harus dicantumkan label, dibuat dalam bahasa Indonesia, sekurang-kurangnya mencantumkan:

- Nama produk/nama dagang;
- Kadar unsur hara fosfor dan kalium;
- Lambang/logo perusahaan;
- Berat bersih;
- Nama dan alamat produsen (produk dalam negeri);
- Nama dan alamat importir (produk impor);
- Tulisan "jangan digancu".

## 9 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, kuat, tidak mempengaruhi isi dan aman selama penyimpanan dan transportasi.





## Bibliografi

Horwitz, W et al : Official methods of Analysis of AOAC international 18<sup>th</sup> Edition, USA, Volume I, 2005, 2.1.05. Preparation of Fertilizer Test Sample.

Horwitz, W et al : Official methods of Analysis of AOAC international 18<sup>th</sup> Edition, USA, Volume I, 2005, 2.3.02. Phosphorus (Total) in Fertilizers: Spectrophotometric Molybdovanadophosphate Method.

Horwitz, W et al : Official methods of Analysis of AOAC international 18<sup>th</sup> Edition, USA, Volume I, 2005, 2.5.05. Potassium in Fertilizers: Flame Photometric Method.

Horwitz, W et al : Official methods of Analysis of AOAC international 18<sup>th</sup> Edition, USA, Volume I, 2005, 2.5.06. Potassium in Fertilizers: Automated Flame Photometric Method.

Horwitz, W et al : Official methods of Analysis of AOAC international 18<sup>th</sup> Edition, USA, Volume I, 2005, 2.5.07. Potassium in Fertilizers: Volumetric Sodium Tetraphenylboron Method I.

Horwitz, W et al : Official methods of Analysis of AOAC international 18<sup>th</sup> Edition, USA, Volume I, 2005, 2.2.01. Water (Total) in Fertilizers.

SNI 02-0086-2005, Pupuk tripel super fosfat.

